

#3

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

10971 U.S. PRO
109/995618
11/29/01



Applicant(s) : SATO, Makaoto et al.

Application No.: Group:

Filed: November 29, 2001 Examiner:

For: CURABLE FLUOROPOLYETHER BASE RUBBER COMPOSITIONS

L E T T E R

Assistant Commissioner for Patents
Box Patent Application
Washington, D.C. 20231

November 29, 2001
0171-0800P-SP

Sir:

Under the provisions of 35 USC 119 and 37 CFR 1.55(a), the applicant hereby claims the right of priority based on the following application(s) :

| <u>Country</u> | <u>Application No.</u> | <u>Filed</u> |
|----------------|------------------------|--------------|
| JAPAN | 2000-364755 | 11/30/00 |

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to deposit Account No. 02-2448 for any additional fees required under 37 C.F.R. 1.16 or under 37 C.F.R. 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By:

for

GERALD M. MURPHY, JR.

Reg. No. 28,977

P. O. Box 747

Falls Church, Virginia 22040-0747

Attachment
(703) 205-8000
/sll

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

SATO, Makoto et al.
November 29, 2001
BOKU, LLP
(J03) 205-8000
071-0800P
1 OF 1
JG09/995619
11/29/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載され
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office

出願年月日
Date of Application:

2000年11月30日

出願番号
Application Number:

特願2000-364755

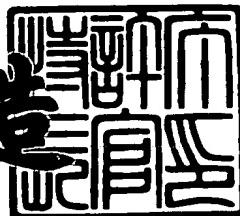
出願人
Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2001年 8月24日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3075945

【書類名】 特許願

【整理番号】 12543

【提出日】 平成12年11月30日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 C08L 19/00

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコーン電子材料技術研究所内

【氏名】 佐藤 誠

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコーン電子材料技術研究所内

【氏名】 佐藤 伸一

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100079304

【弁理士】

【氏名又は名称】 小島 隆司

【選任した代理人】

【識別番号】 100103595

【弁理士】

【氏名又は名称】 西川 裕子

【選任した代理人】

【識別番号】 100107733

【弁理士】

【氏名又は名称】 流 良広

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003207

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

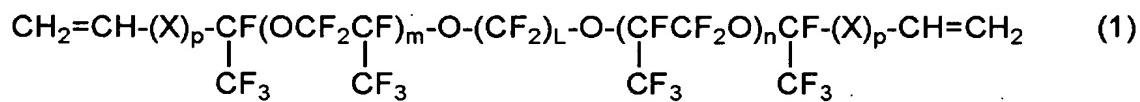
【発明の名称】 硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物

【特許請求の範囲】

- 【請求項1】 (A) 分子中に少なくとも2個のアルケニル基を有し、かつ
主鎖中にパーカルオロアルキルエーテル構造を有する直鎖状フルオロポリエーテ
ル化合物 100重量部
- (B) 比表面積が $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以上で、かつビニル基量が $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$ モル/ 100 g である表面が疎水化処理されたシリカ系充填剤
10~40重量部
- (C) 分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有する有機ケイ
素化合物 (A) 成分を硬化させる有効量
- (D) ヒドロシリル化反応触媒
触媒量
を含有してなることを特徴とする硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物。

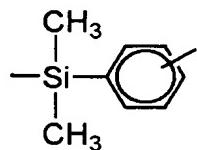
【請求項2】 (A) 成分の直鎖状フルオロポリエーテル化合物が、下記一
般式(1)

【化1】



[式中、Xは独立に $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{O}-$ 又は $-\text{Y}-\text{NR}-\text{CO}-$ （但し、Y
は $-\text{CH}_2-$ 又は

【化2】



であり、Rは水素原子、メチル基、フェニル基又はアリル基である。)であり、
pは独立に0又は1、Lは2~6の整数、m及びnはそれぞれ0~200の整数
である。]

で表される化合物である請求項1記載の硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成
物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、撥水性、撥油性、耐溶剤性、耐薬品性、耐候性に優れ、かつ圧縮永久歪み特性が改良された硬化物を与え、O-リング等として好適に利用される硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

シリコーンゴム等の補強のために使用されるヒュームドシリカと呼ばれている乾式法シリカ、沈降性シリカと呼ばれている湿式法シリカ等の表面を疎水化処理したシリカ系充填剤を硬化性フルオロポリエーテル系ゴムに配合することにより、得られた硬化物の機械的特性を飛躍的に向上させられることがわかっている。

【0003】

これにより、耐熱性、耐薬品性、耐溶剤性、撥水性、撥油性、耐候性等の性質がバランスよく優れたフルオロポリエーテル系ゴム組成物を得ることができ、ほとんどの用途においては、これで十分な性能を有している。

【0004】

しかし、このようなフルオロポリエーテル系ゴム組成物は、ほとんどの用途では性能的に十分であるものの、O-リング等の成型用途では、より圧縮永久歪みが小さいものが要求されており、このため圧縮永久歪み特性の改善が課題となっている。

【0005】

本発明は上記事情に鑑みなされたもので、耐熱性、耐薬品性、耐溶剤性、撥水性、撥油性、耐候性等に優れている上、圧縮永久歪み特性に優れた硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】

本発明者は、上記目的を達成するため銳意検討を行った結果、

(A) 分子中に少なくとも2個のアルケニル基を有し、かつ主鎖中にパーフルオ

ロアルキルエーテル構造を有する直鎖状フルオロポリエーテル化合物

100重量部

(B) 比表面積が $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以上で、かつビニル基量が $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$ モル/ 100 g である表面が疎水化処理されたシリカ系充填剤

10~40重量部

(C) 分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有する有機ケイ素化合物 (A) 成分を硬化させる有効量

(D) ヒドロシリル化反応触媒 触媒量
を含有してなる硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物が、耐熱性、耐薬品性、耐溶剤性、撥水性、撥油性、耐候性等に優れている上、圧縮永久歪み特性に優れた硬化物を得ることができることを見出し、本発明をなすに至った。

【0007】

従って、本発明は、上記(A)~(D)成分を含有してなる硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物を提供する。

【0008】

以下、本発明につき更に詳しく説明する。

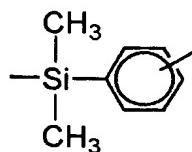
(A) 成分の直鎖状ポリエーテル化合物

(A) 成分の直鎖状フルオロポリエーテル化合物は、分子中に少なくとも2個のアルケニル基を有し、かつ主鎖中に2価のパーフルオロアルキルエーテル構造を有するもので、組成物のベースポリマーとして使用される。

【0009】

この直鎖状フルオロポリエーテル化合物におけるアルケニル基としては、例えば、ビニル基、アリル基、プロペニル基、イソプロペニル基、ブテニル基、ヘキセニル基等の末端に $\text{CH}_2=\text{CH}-$ 構造を有する基、特にビニル基、アリル基等が好ましい。このアルケニル基は、直鎖状フルオロポリエーテル化合物の主鎖の両端部に直接結合していてもよいし、2価の連結基、例えば、 $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{O}-$ 又は $-\text{Y}-\text{NR}-\text{CO}-$ （但し、Yは $-\text{CH}_2-$ 又は

【化3】

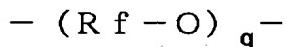


(o, m又はp位)

であり、Rは水素原子、メチル基、フェニル基又はアリル基である。)等を介して結合していくてもよい。

【0010】

直鎖状フルオロポリエーテル化合物におけるパーフルオロアルキルエーテル構造としては、例えば、下記一般式

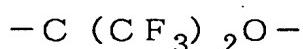
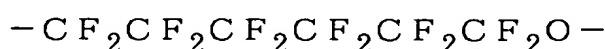
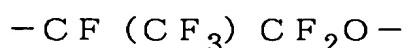
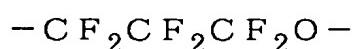
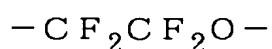
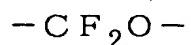


(式中、R_fは、炭素原子数1~6、好ましくは炭素原子数1~3の直鎖状又は分岐状のパーフルオロアルキレン基であり、qは1~500、好ましくは2~400、より好ましくは10~200の整数である。)

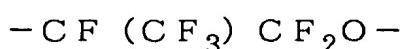
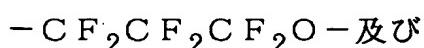
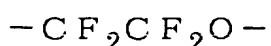
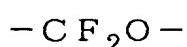
で示されるものが挙げられる。

【0011】

前記-(R_f-O)-で示される繰り返し単位としては、例えば、



等が挙げられ、中でも好ましいのは、



である。

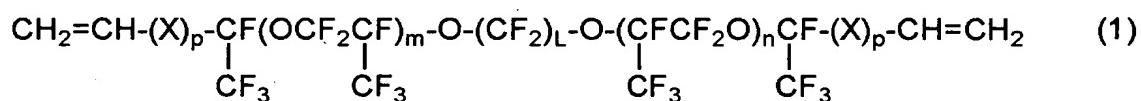
【0012】

前記パーフルオロアルキルエーテル構造は、これらの—(Rf-O)—で示される繰り返し単位の1種が単独で又は2種以上の組み合わせで構成されていてもよい。

【0013】

(A) 成分の直鎖状フルオロポリエーテル化合物の代表例としては、下記一般式(1)

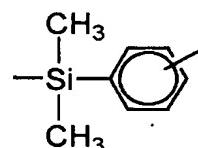
【化4】



[式中、Xは独立に—CH₂—、—CH₂O—又は—Y—NR—CO—(但し、Yは—CH₂—又は

【0014】

【化5】



(o, m又はp位)

であり、Rは水素原子、メチル基、フェニル基又はアリル基である。)であり、pは独立に0又は1、Lは2~6の整数、m及びnはそれぞれ0~200、好ましくは5~100の整数である。]

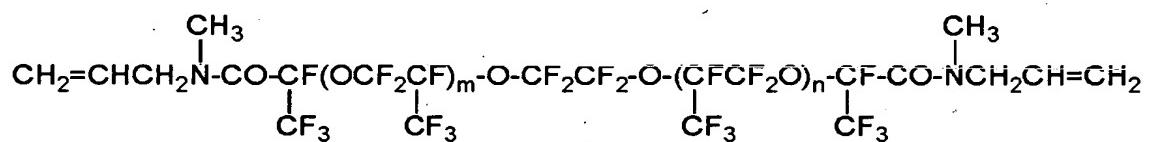
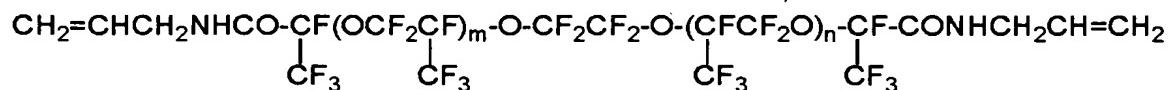
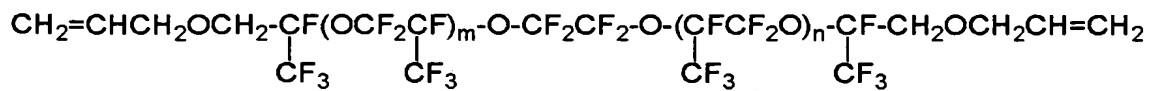
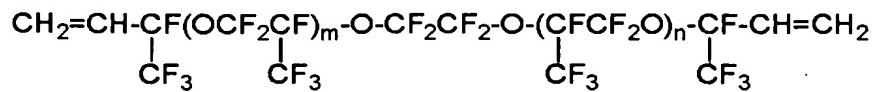
で表される分子量400~100,000、好ましくは1,000~50,000の直鎖状フルオロポリエーテル化合物が挙げられる。

【0015】

一般式(1)で表される直鎖状フルオロポリエーテル化合物の具体例としては、下記式で表されるものが挙げられる。

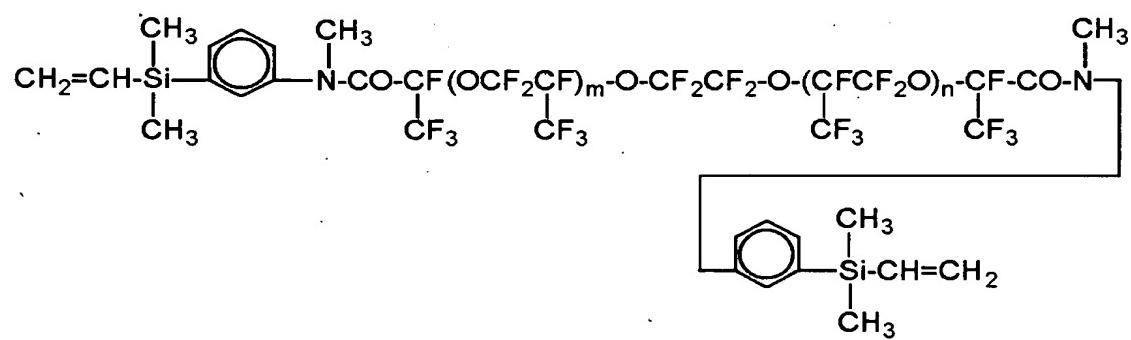
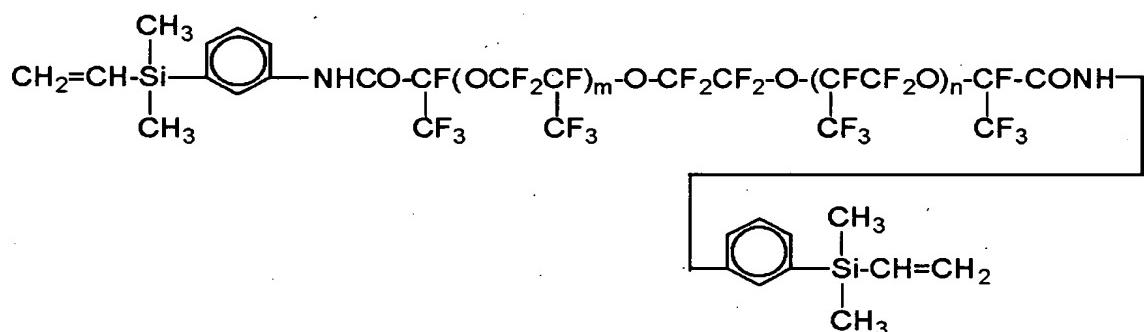
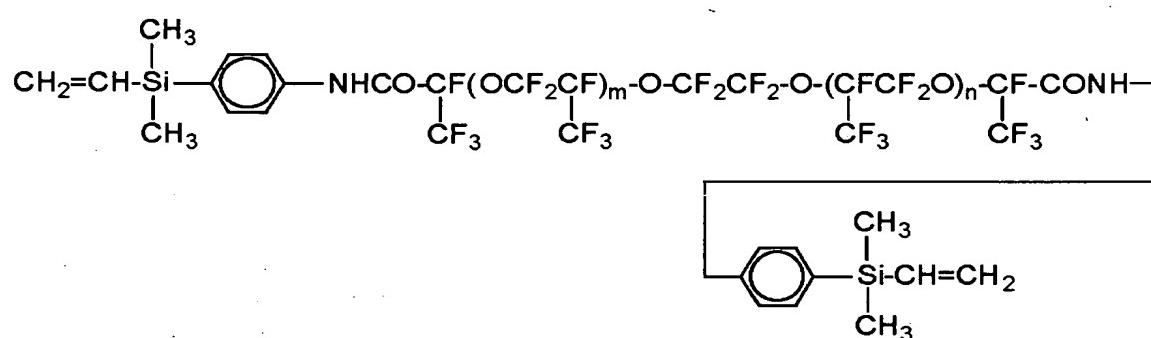
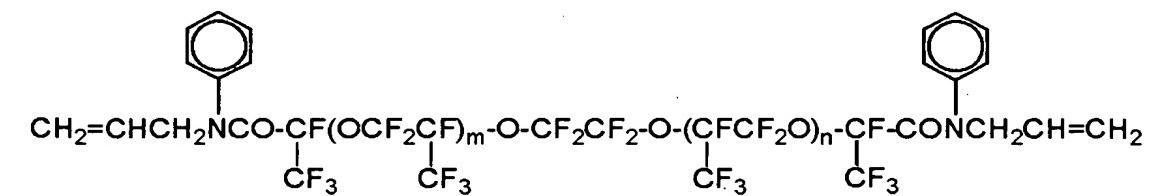
【0016】

【化6】



【0017】

【化7】



(式中、 m 及び n はそれぞれ上記一般式(1)で定義した m 、 n と同じ意味を示す。)

【0018】

これらの直鎖状フルオロポリエーテル化合物は1種を単独で又は2種以上を組

み合わせて使用できる。

【0019】

(B) 比表面積が $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以上で、かつビニル基量が $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$ モル/ 100 g である表面が疎水化処理されたシリカ系充填剤

(B) 成分は、硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物の補強及び圧縮永久歪み特性向上のために使用されるもので、このシリカ系充填剤としては、ヒュームドシリカと呼ばれている乾式法シリカ、沈降性シリカと呼ばれている湿式法シリカのいずれでもよく、機械的特性を向上させるため BET 比表面積（水素吸着法）が少なくとも $100\text{ m}^2/\text{g}$ である粒子状のものである必要がある。

【0020】

また、上記シリカ系充填剤は、圧縮永久歪み特性向上のため、上記シリカ表面のケイ素原子に結合した水酸基を加水分解性基を有するモノマー又はその部分加水分解性反応物からなる有機ケイ素化合物で処理することにより上記シリカ表面を $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{Si}-$ 基（ビニル基）で覆うことができる表面処理剤を使用してシリカ微粉末表面を処理することが必要である。

【0021】

上記表面を $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{Si}-$ 基（ビニル基）で覆うことができる表面処理剤としては、ビニル基及び加水分解性基を有するケイ素化合物であれば特に限定されるものではないが、具体的にはビニルジメチルクロロシラン、ジビニルジクロロシラン等のオルガノクロロシラン、ジメチルビニルメトキシシラン、ジビニルジエトキシシラン等のオルガノアルコキシシラン及び 1, 3-ジビニルテトラメチルシラザン、1, 3-ジメチルテトラビニルシラザン等のシラザン化合物等が挙げられる。

【0022】

この表面処理剤を使用して処理されるシリカ微粉末としては、予め粉体の状態で直接処理されるものが好ましい。上記表面処理方法としては、通常、一般周知の技術を採用することができ、例えば、常圧で密閉された機械混練り装置に、或いは流動層に上記未処理のシリカ微粉末と処理剤を入れ、必要に応じて不活性ガス存在下において室温或いは熱処理にて混合処理され、場合により触媒及び加水

分解を促進するための水を使用してもよく、混練り後乾燥することにより調製することができる。この表面処理剤の配合量は、その処理剤の被覆面積から計算される量以上であればよい。

【0023】

上記処理シリカのビニル基量は、機械的特性を損なわず、良好な圧縮永久歪み特性を得るために $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$ モル／100g であることが必要である。 1×10^{-3} モル／100g より小さい場合、圧縮永久歪み特性向上の効果が認められず、また 2×10^{-2} モル／100g より大きい場合、強度及び伸びが低下し、著しく機械的特性が低下する。

【0024】

なお、上記処理シリカの表面ビニル基量は、処理シリカ充填剤にアルカリ（KOH等）を添加して300°Cに加熱し、その際に生じるエチレンガスを、ガスクロマトグラフィー装置を使用して定量することにより測定することができる。

【0025】

更に、上記処理シリカは、組成物混合後、経時によっておこる凝集からの増粘を抑制し、成形性を向上させるため、シリカ表面のケイ素原子に結合した水酸基を疎水化処理することが必要である。

【0026】

上記疎水化処理剤の種類に特に限定はないが、表面を $(CH_3)_n-Si-$ 基（nは1～3の整数）で覆うことができるオルガノクロロシラン、シラザン化合物、環状シラザン化合物及び低重合度ジメチルポリシロキサン等の表面処理剤を用いることが好ましい。

【0027】

上記処理方法としては、上述したシリカ表面を $CH_2=CH-Si-$ 基（ビニル基）で覆うことができる表面処理剤と同様の方法で処理することが好ましく、表面を $CH_2=CH-Si-$ 基（ビニル基）で覆うことができる表面処理剤で表面処理後、もしくは表面を $CH_2=CH-Si-$ 基（ビニル基）で覆うことができる表面処理剤とともに処理してもよい。

【0028】

このシリカ系充填剤の配合量は、(A)成分100重量部に対して10~40重量部であり、より好ましくは15~30重量部である。10重量部未満では少なすぎて機械的強度の向上が認められず、また40重量部より多くすると粘度の上昇が大きく、配合が難しい。

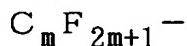
【0029】

(C) 分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有する有機ケイ素化合物

(C)成分の有機ケイ素化合物は、上記(A)成分の架橋剤兼鎖長延長剤として作用する。この(C)成分の有機ケイ素化合物は、1分子中にケイ素原子に結合した水素原子、即ちヒドロシリル基(SiH基)を2個以上有するものであれば特に制限されるものではないが、(A)成分との相溶性、分散性及び硬化後の均一性を考慮すると、1分子中に1個以上の1価のパーフルオロオキシアルキル基、1価のパーフルオロアルキル基、2価のパーフルオロオキシアルキレン基又は2価のパーフルオロアルキレン基を有し、かつ2個以上、好ましくは3個以上のヒドロシリル基を有するものが好ましい。このパーフルオロオキシアルキル基、パーフルオロアルキル基、パーフルオロオキシアルキレン基、パーフルオロアルキレン基としては、特に下記一般式で示されるものを挙げることができる。

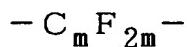
【0030】

<1価のパーフルオロアルキル基>



(但し、mは1~20、好ましくは2~10の整数である。)

<2価のパーフルオロアルキレン基>

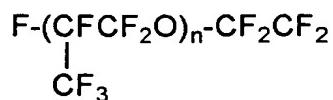
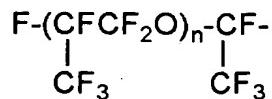


(但し、mは1~20、好ましくは2~10の整数である。)

<1価のパーフルオロオキシアルキル基>

【0031】

【化8】

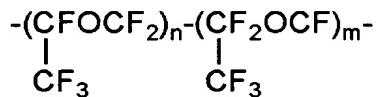


(但し、nは1～5の整数である。)

【0032】

<2価のパーフルオロオキシアルキレン基>

【化9】



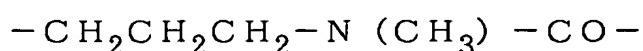
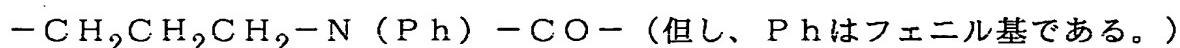
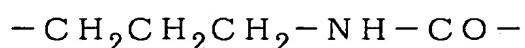
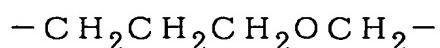
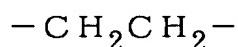
(但し、mは1～50の整数、nは1～50の整数で、かつm+nは2～100を満足する。)



(但し、m及びnはそれぞれ1～50の整数である。)

【0033】

また、これらパーフルオロアルキル基、パーフルオロオキシアルキル基、パーフルオロアルキレン基又はパーフルオロオキシアルキレン基とケイ素原子とをつなぐ2価の連結基としては、アルキレン基、アリーレン基及びそれらの組み合わせ、或いはこれらの基にエーテル結合酸素原子、アミド結合、カルボニル結合等を介在させたものであってもよく、例えば、



等の炭素原子数2~12のものが挙げられる。

【0034】

また、この(C)成分の有機ケイ素化合物における1価又は2価の含フッ素置換基、即ちパーフルオロアルキル基、パーフルオロオキシアルキル基、パーフルオロアルキレン基又はパーフルオロオキシアルキレン基を含有する1価の有機基以外のケイ素原子に結合した1価の置換基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基、オクチル基、デシル基等のアルキル基；ビニル基、アリル基等のアルケニル基；フェニル基、トリル基、ナフチル基等のアリール基；ベンジル基、フェニルエチル基等のアラルキル基；及びこれらの基の水素原子の少なくとも一部が塩素原子、シアノ基等で置換された、例えばクロロメチル基、クロロプロピル基、シアノエチル基等の炭素数1~20の非置換又は置換の炭化水素基が挙げられる。

【0035】

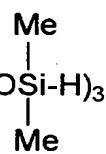
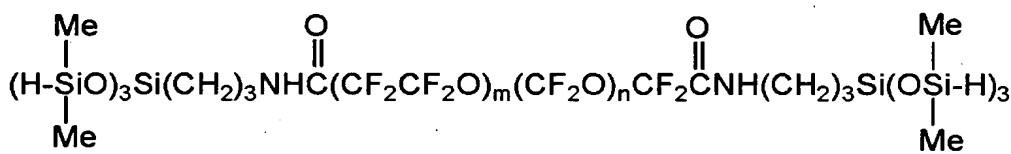
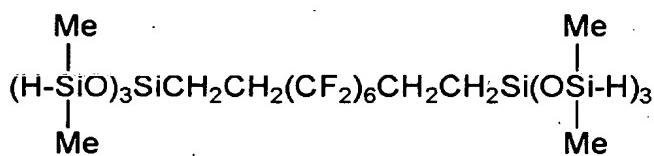
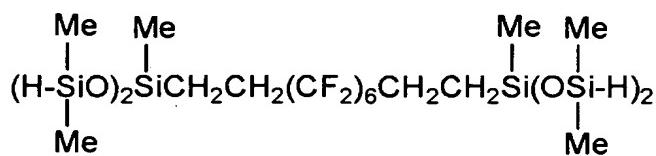
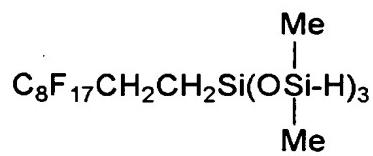
(C)成分の有機ケイ素化合物としては、環状、鎖状、三次元網状及びそれらの組み合わせのいずれでもよい。この有機ケイ素化合物のケイ素原子数は、特に制限されるものではないが、通常2~60、好ましくは3~30程度である。

【0036】

このような有機ケイ素化合物としては、例えば下記の化合物が挙げられる。下記式でMeはメチル基、Phはフェニル基を示す。なお、これらの化合物は1種を単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。

【0037】

【化10】

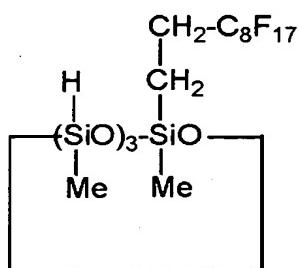
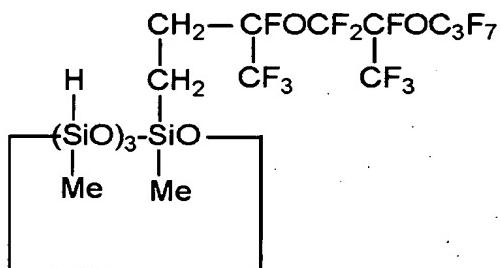
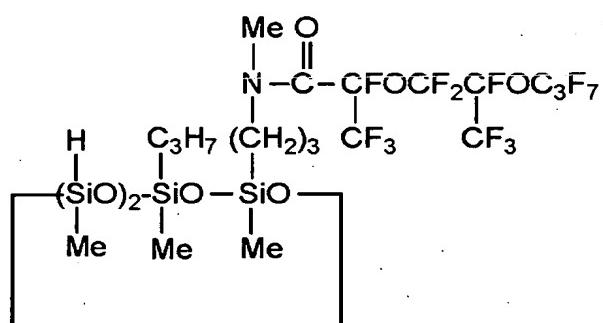
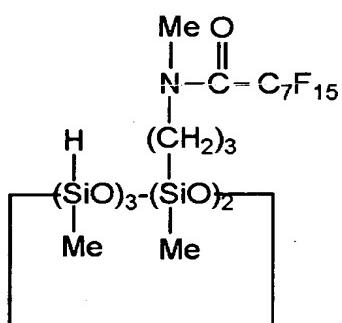
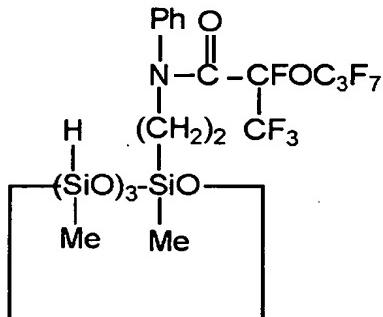
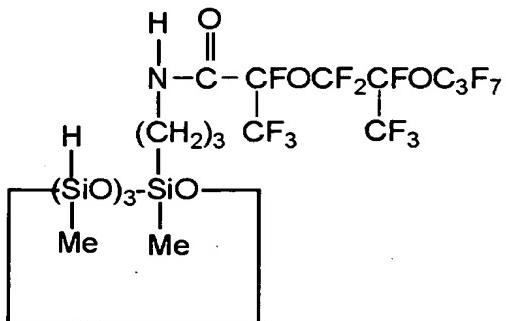


(但し、mは1～20、平均10の整数、nは1～10、平均6の整数である。)

)

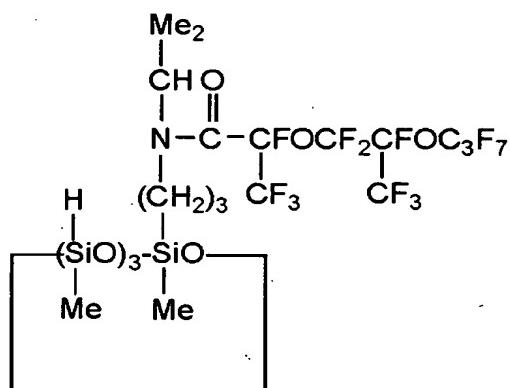
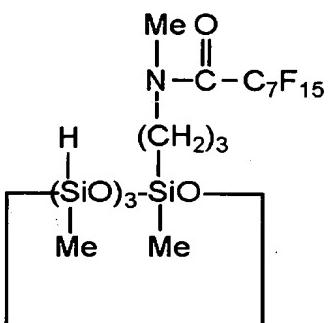
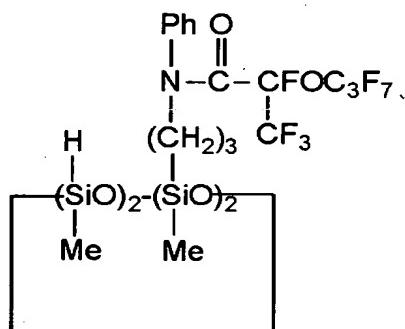
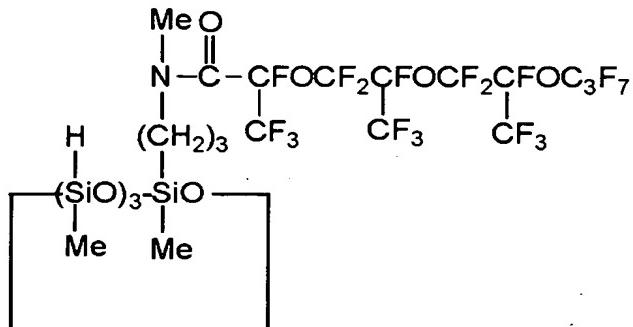
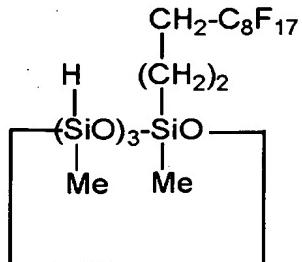
【0038】

【化 1 1】



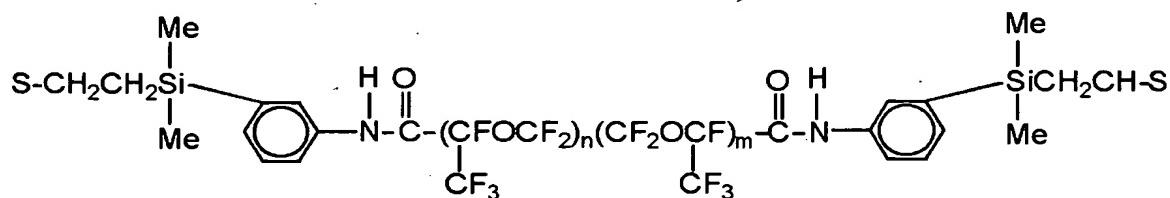
[0039]

【化12】



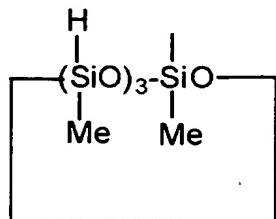
【0040】

【化13】



(但し、Sは

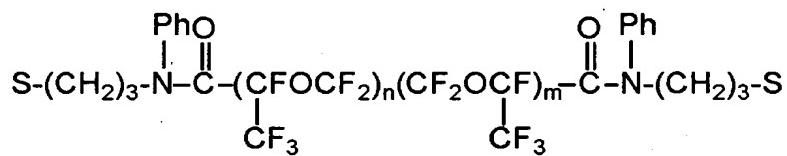
【化14】



を表し、またnは1～30の整数、mは1～30の整数で、かつn+mは2～60、平均2～50を満足する。)

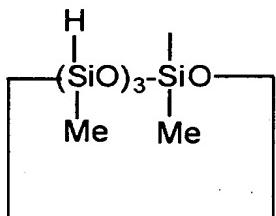
【0041】

【化15】



(但し、Sは

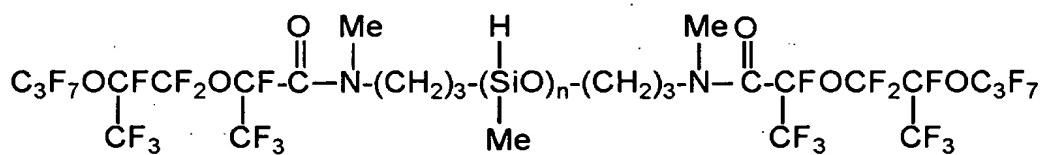
【化16】



を表し、またnは1～30の整数、mは1～30の整数で、かつn+mは2～60、平均2～50を満足する。)

【0042】

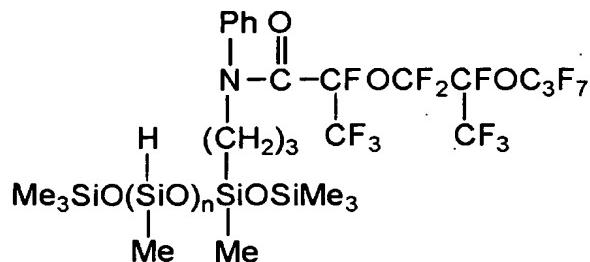
【化17】



(但し、nは2～60、平均3～50の整数を表す。)

【0043】

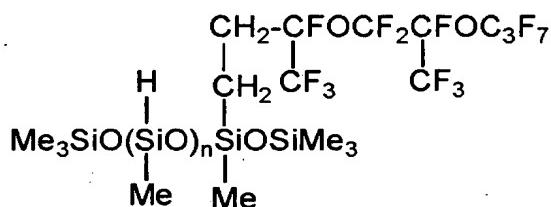
【化18】



(但し、nは2~60、平均3~50の整数を表す。)

【0044】

【化19】



(但し、nは2~60、平均3~50の整数を表す。)

【0045】

上記(C)成分の配合量は、(A)成分を硬化させる有効量であればよく、通常、組成物全系、特に(A)成分に含まれるビニル基、アリル基、シクロアルケニル基等のアルケニル基1モルに対し(C)成分のヒドロシリル基、即ちSiH基を好ましくは0.5~5モル、より好ましくは1~2モル供給する量である。0.5モル未満では架橋度合いが不十分になり、5モルを超えると鎖長延長が優先し、硬化が不十分となったり発泡したり、耐熱性、圧縮永久歪み特性等を悪化させる場合がある。なお、この(C)成分の(A)成分に対する配合量は、通常、(A)成分100重量部に対して0.1~50重量部の範囲とすることもできる。

【0046】

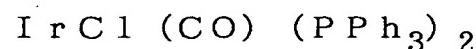
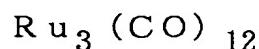
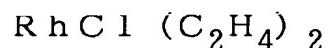
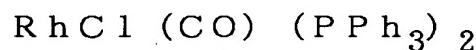
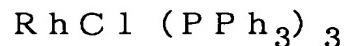
(D) ヒドロシリル化反応触媒

本発明に用いる(D)成分のヒドロシリル化反応触媒としては、遷移金属、例えばPt, Rh, Pd等の白金族の金属及びこれら遷移金属の化合物が挙げられる。これらの化合物は一般に貴金属の化合物であり、高価格であることから、比

較的入手し易い白金又は白金化合物が好適に用いられる。

【0047】

白金化合物としては、例えば塩化白金酸；塩化白金酸とエチレン等のオレフィンとの錯体；塩化白金酸とアルコール又はビニルシロキサンとの錯体；シリカ、アルミナ、カーボン等の担体上に担持された白金を例示することができるが、これらに限定されるものではない。白金化合物以外の白金族金属化合物としては、ロジウム、ルテニウム、イリジウム及びパラジウム系の化合物、例えば、



(なお、Phはフェニル基を示す。)

等が挙げられる。

【0048】

これら触媒の使用量は、特に制限されるものではなく、いわゆる触媒量で所望の硬化速度を得ることができるが、シリカ、アルミナ等の単体上に担持したり溶剤で希釈した形態等をとり、触媒の形態及び希釈比率により触媒量も変わってくることから、経済的見地又は良好な硬化物を得るために、硬化性組成物全量に対して、白金族金属換算で0.1～1,000 ppm（重量）、特に0.1～500 ppm（重量）程度の範囲とするのが好ましい。

【0049】

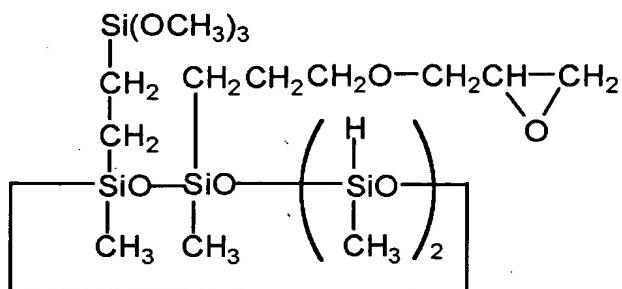
その他の成分

本発明の組成物には上記した(A)～(D)成分の他に、本発明の効果を損なわない範囲で従来公知の各種の添加剤を任意成分として配合することができる。このような成分としては、例えば、1-エチル-1-ヒドロキシシクロヘキサン、3-メチル-1-ブチン-3-オール、3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール、3-メチル-1-ペンテン-3-オール、フェニルブチノールなどの

アセチレンアルコールや3-メチル-3-ペンテン-1-イン、3,5-ジメチル-3-ヘキセン-1-イン等のヒドロシリル化反応触媒の制御剤；

【0050】

【化20】



等の分子中にアルコキシ基、エポキシ基及び SiH 基を有するオルガノシロキサンなどの接着性付与剤；顔料（例えば、酸化鉄、酸化セリウム、カーボンブラック等）、染料等の着色剤；酸化防止剤等が挙げられる。

【0051】

組成物の構成

本発明の組成物の構成に関しては、用途に応じて前記 (A) ~ (D) 成分の必須成分全てを1つの組成物として取り扱う、いわゆる1液タイプとして構成してもよいし、或いは、例えば前記 (A) 成分の一部、(B) 成分の一部及び (C) 成分を一方の組成物とし、(A) 成分の残部、(B) 成分の残部及び (D) 成分を他方の組成物とする、いわゆる2液タイプとして構成し、使用時にこれらを混合するものであってもよい。

【0052】

本発明の組成物は、常温で放置するか、加熱することにより容易に硬化させることができるが、通常室温（例えば10~30°C）~200°C、5分間~24時間の範囲で熱的に硬化させるのが好ましい。

【0053】

本発明の組成物は、化学プラント用部品、複写機、プリンター等のOA機器部品、自動車・航空機部品、半導体部品、医療機器用部品、分析機器等の分野で使用される耐薬品性及び耐油性等が要求されるダイヤフラム、シール部品（O-リング、パッキン、ガスケット等）などのゴム成型品の用途で使用される。

【0054】

【実施例】

以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、下記例で部は重量部を示し、粘度は25°Cの値である。

【0055】

【実施例1】

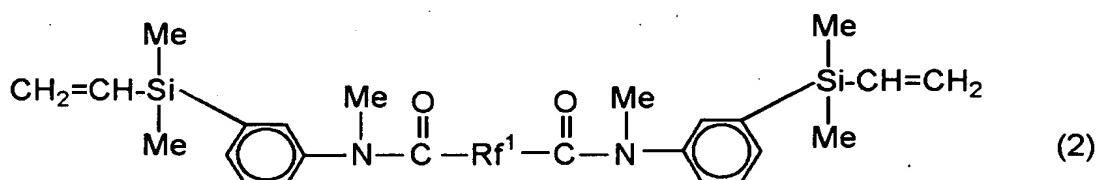
下記式(2)で示されるポリマー(粘度4.4Pa·s、平均分子量16,500、ビニル基量0.012モル/100g)100部に、シリカ系充填剤をジメチルジクロロシラン及びビニルジメチルクロロシランで表面処理した処理シリカ(比表面積186m²/g、ビニル基量1×10⁻²モル/100g)を25部の配合比でプラネタリーミキサーにて配合を行った後、1時間混練りを行った。混練り後170°Cで2時間混合熱処理し、3本ロールにて分散処理してベースの製造を行った。

【0056】

なお、上記処理シリカのビニル基量は、処理シリカ充填剤にKOHを添加した後、300°Cで熱処理し、その際に生じたエチレンガスをガスクロマトグラフィー装置により定量することで測定した。

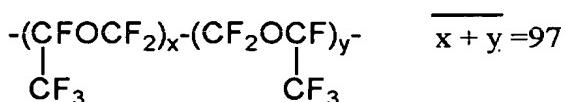
【0057】

【化21】



(但し、Rf¹は、

【化22】



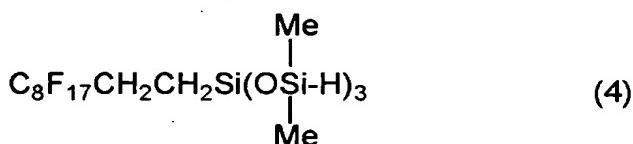
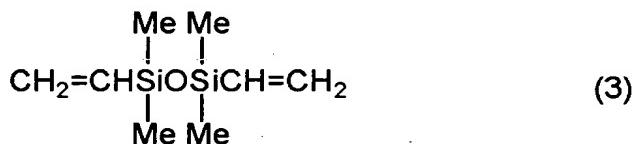
を示し、Meはメチル基である。)

【0058】

更に上記ベース125部に対して塩化白金酸を下記式(3)で示される化合物で変性した触媒のトルエン溶液(白金濃度0.5重量%)0.2部、エチニルシリクロヘキサノールの50%トルエン溶液を0.4部、下記式(4)で示されるSiH基を含有する有機ケイ素化合物3.35部を加え、均一に混合し、硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物を得た。

【0059】

【化23】



【0060】

得られた組成物から、150°Cで5分プレスキュア、更に200°Cで4時間オープンキュアの条件で、厚さ2mmのシート硬化物と、JIS K6262で定められている圧縮永久歪み測定用のセット玉を成形し、これらの物理的性質をJIS K6250に準じて測定した。結果を表1に示す。

【0061】

【比較例1】

シリカ系充填剤としてジメチルジクロロシランで処理した処理シリカ(比表面積180m²/g、ビニル基量0モル/100g)を使用する以外は実施例1と同様の方法でベースの製造及び組成物の配合を行い、硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物を得た。

【0062】

更に得られた組成物から、実施例と同様に測定用試料を作製し、実施例と同様の方法で物理的性質の測定を行った。結果を表1に示す。

【0063】

【表1】

| | ゴム物性 | | | |
|------|--------------------------|---------------|--------------|-------------------|
| | 硬さ (テューロメーター タイプA) | 引張強さ (MPa) | 切断時伸び (%) | 圧縮永久歪み (%) *1) |
| 実施例1 | 50 | 11.9 | 370 | 6.3 |
| 比較例1 | 48 | 12.1 | 390 | 28.6 |

* 1) 測定条件：200°C／24時間

【0064】

【発明の効果】

本発明の硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物によれば、圧縮永久歪み特性に優れた硬化物を与える、Oーリング等として好適に利用することができる硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物を提供することができる。しかも、本発明組成物は、フルオロポリエーテル系ゴム固有の撥水性、撥油性、耐溶剤性、耐薬品性、耐候性に優れたものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 (A) 分子中に少なくとも2個のアルケニル基を有し、かつ主鎖中にパーフルオロアルキルエーテル構造を有する直鎖状フルオロポリエーテル化合物

100重量部

(B) 比表面積が $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以上で、かつビニル基量が $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$ モル/ 100 g である表面が疎水化処理されたシリカ系充填剤

10~40重量部

(C) 分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有する有機ケイ素化合物

(A) 成分を硬化させる有効量

(D) ヒドロシリル化反応触媒
を含有してなることを特徴とする硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物。

【効果】 本発明の硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物によれば、圧縮永久歪み特性に優れた硬化物を与え、O-リング等として好適に利用することができる硬化性フルオロポリエーテル系ゴム組成物を提供することができる。しかも、本発明組成物は、フルオロポリエーテル系ゴム固有の撥水性、撥油性、耐溶剤性、耐薬品性、耐候性に優れたものである。

【選択図】 なし

出願人履歴情報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名 信越化学工業株式会社